



ΕΦΗΜΕΡΙΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ
ΤΗΣ ΕΛΛΗΝΙΚΗΣ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑΣ

ΤΕΥΧΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ **Αρ. Φύλλου 50**

27 Ιανουαρίου 1994

ΥΠΟΥΡΓΙΚΕΣ ΑΠΟΦΑΣΕΙΣ & ΕΓΚΡΙΣΕΙΣ

Αριθ. 916/93

Συμπλήρωση της 1443/89 (ΦΕΚ 564/Β/90) απόφασης του Α.Χ.Σ. η οποία τροποποιήθηκε με την 839/91 (ΦΕΚ 27/Β/92) απόφαση Α.Χ.Σ. σε εναρμόνιση προς την Οδηγία 93/1/Ε.Ο.Κ.

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ
ΕΘΝΙΚΗΣ ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ, ΟΙΚΟΝΟΜΙΚΩΝ
ΚΑΙ ΓΕΩΡΓΙΑΣ

Έχοντας υπόψη:

1. Το έγγραφο του Γενικού Χημείου του Κράτους αριθ. 3016810/1485/93.

2. Τις διατάξεις του αρθρου 1 (παρ. 1 και 3) του Ν. 1338/1983 «Εφαρμογή του κοινοτικού δικαίου» (ΦΕΚ 34/τ.Α'/17.3.1983) όπως τροποποιήθηκε από το άρθρο 6 του Ν. 1440/1984 «Συμμετοχή της Ελλάδος στο Κεφάλαιο, στα αποθεματικά και στις προβλέψεις της Ευρωπαϊκής Κοινότητας Άνθρακος και του Οργανισμού Εφοδιασμού ΕΥΡΑΤΟΜ» (ΦΕΚ 70/τ.Α'/21.5.1984) καθώς και το άρθρο 65 του Ν. 1892/90 (ΦΕΚ 101/τ.Α'/1990).

3. Το εδάφιο δ της παρ. 8 του άρθρου 6 του Νόμου 4328/1929 «περί συστάσεως του Γενικού Χημείου του Κράτους», όπως τροποποιήθηκε και συμπληρώθηκε με τον Α.Ν. 754/1937 (αρ. 3 παρ. 2 και 3) (ΦΕΚ 247/τ.Α'/1937).

4. Το άρθρο 4 του Δ/τος της 31ης Οκτωβρίου 1929 «περί κανονισμού της λειτουργίας και των εργασιών του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου» (ΦΕΚ 391/τ.Α'/31.10.1929).

5. Το Νόμο 115/1975 «περί τροποποιήσεως διατάξεων τινων του Ν. 4328/1929» (ΦΕΚ 172/τ.Α'/20.8.1975).

6. Την απόφαση των Υπουργών Προεδρίας της Κυβέρνησης και Οικονομικών για περιορισμό Συλλογικών Οργάνων του Υπουργείου Οικονομικών αρ. 1078204/927/0006Α (ΦΕΚ 517/τ.Β'/7.8.92).

7. Την υπ' αριθμ. Γ.Υ. 5246/14.10.1993 κοινή απόφαση του Πρωθυπουργού και του Υπουργού Οικονομικών «Ανάθεση αρμοδιοτήτων Υπουργού Οικονομικών στους Υφυπουργούς Οικονομικών» (ΦΕΚ 829/Β/1993).

8. Τις διατάξεις του άρθρου 29Α του Ν. 1558/1985 (137 Α) όπως το άρθρο αυτό προστέθηκε με το άρθρο 27 του Ν. 2081/1992 (154 Α) και το γεγονός ότι από την παρούσα απόφαση δεν προκαλείται δαπάνη σε βάρος του Κρατικού Προϋπολογισμού.

9. Την υπ' αριθμ. ΑΠ 184/1993 κοινή απόφαση του Πρωθυπουργού και του Υπουργού Γεωργίας «Ανάθεση αρμοδιοτήτων στον Υφυπουργό Γεωργίας Φλώρο Κωνσταντίνου» (Β' 836), αποφασίζουμε:

Ι. Εγκρίνουμε την απόφαση 916/93 του Ανωτάτου Χημικού Συμβουλίου, η οποία λήφθηκε κατά τη συνεδρίαση της 5.10.93 και η οποία έχει ως ακολούθως:

ΓΕΝΙΚΟ ΧΗΜΕΙΟ ΚΡΑΤΟΥΣ
ΑΝΩΤΑΤΟ ΧΗΜΙΚΟ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟ

Εγκρίνουμε τη συμπλήρωση της 1443/89 απόφασης Α.Χ.Σ. που τροποποιήθηκε με την 839/91 απόφαση Α.Χ.Σ. σε εναρμόνιση προς την Οδηγία 93/1/Ε.Ο.Κ. της Επιτροπής, για την τροποποίηση της οδηγίας 77/535/Ε.Ο.Κ. περί προσεγγίσεως των νομοθεσιών των Κρατών Μελών, των σχετικών με τις μεθόδους δειγματοληψίας και αναλύσεως των λιπασμάτων (EEL 113/93 σελ. 17) ως εξής:

Στο παράρτημα ΙΙ της 1443/89 απόφασης Α.Χ.Σ. που τροποποιήθηκε και συμπληρώθηκε με την 839/91 απόφαση Α.Χ.Σ. προστίθενται οι μέθοδοι 9.1 έως 9.11 με τον τίτλο «Μέθοδος 9 ΙΧΝΟΣΤΟΙΧΕΙΑ» και οι οποίες περιλαμβάνουν τα αναφερόμενα στο συνημμένο παράρτημα ΙΙ, το οποίο προσαρτάται και αποτελεί αναπόσπαστο μέρος της παρούσας.

Οι εν λόγω μέθοδοι εφαρμόζονται στα λιπάσματα Ε.Ο.Κ. για τον προσδιορισμό κάθε ιχνοστοιχείου του οποίου η δηλούμενη περιεκτικότητα είναι μικρότερη ή ίση με 10%.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

«Μέθοδος 9

ΙΧΝΟΣΤΟΙΧΕΙΑ

Μέθοδος 9.1

ΕΚΧΥΛΙΣΗ ΤΩΝ ΟΛΙΚΩΝ ΙΧΝΟΣΤΟΙΧΕΙΩΝ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχύλισης των παρακάτω ιχνοστοιχείων: ολικού βορίου, ολικού κοβαλτίου, ολικού χαλκού, ολικού σιδήρου, ολικού μαγγανίου, ολικού μολυβδαινίου και ολικού ψευδαργύρου. Στόχος είναι να γίνονται ελάχιστες εκχυλίσεις, χρησιμοποιώντας, στο μέτρο του δυνατού, το ίδιο εκχύλισμα προκειμένου να προσδιοριστεί η ολική περιεκτικότητά σε καθένα από τα ανωτέρω ιχνοστοιχεία.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΟΚ, που συμπεριλαμβάνονται στο Π.Δ. 441/91 (ΦΕΚ 152/Α/91) και περιέχουν ένα ή περισσότερα από τα ακόλουθα ιχνοστοιχεία: βόριο, κοβάλτιο, χαλκό, σίδηρο, μαγγάνιο, μολυβδαίνιο και ψευδάργυρο. Εφαρμόζεται για τον προσδιορισμό κάθε ιχνοστοιχείου του οποίου (για όλες τις μεθόδους) η δηλωμένη περιεκτικότητα είναι μικρότερη ή ίση με 10%.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Διαλυτοποίηση σε αραιό ζέον υδροχλωρικό οξύ.

Σημείωση: Η εκχύλιση είναι εμπειρική και μπορεί να είναι λιγότερο ή περισσότερο πλήρης, ανάλογα με το προϊόν ή τα υπόλοιπα συστατικά του λιπάσματος. Ειδικότερα στην περίπτωση ορισμένων οξειδίων του μαγγανίου, η εκχυλιζόμενη ποσότητα μπορεί να είναι αισθητά χαμηλότερη από τη συνολική ποσότητα του μαγγανίου που περιέχει το προϊόν. Είναι καθήκον των κατασκευαστών λιπασμάτων να εξασφαλίσουν ότι η δηλούμενη περιεκτικότητα αντιστοιχεί πραγματικά στην ποσότητα που μπορεί να διαλυτοποιηθεί στις συνθήκες της μεθόδου.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος HCl περίπου 6 M:

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (HCl, d = 1,18 g/ml) αναμιγνύεται με έναν όγκο νερού.

4.2. Πυκνό διάλυμα αμμωνίας (NH_4OH, d = 0,9 g/ml)

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Ηλεκτρική θερμαντική εστία ρυθμιζομένης θερμοκρασίας.

Σημείωση: Αν προβλέπεται ποσοτική ανάλυση του βορίου στο εκχύλισμα, απαγορεύεται να χρησιμοποιηθούν σκεύη από βοριοπυριτικό γυαλί. Για την εκχύλιση αυτή σε θερμοκρασία βρασμού κατάλληλα υλικά είναι το τεφλόν ή το διοξείδιο του πυριτίου. Όταν χρησιμοποιούνται απορρυπαντικά που περιέχουν βορικά άλατα για τον καθαρισμό των γυάλινων σκευών, τα σκεύη αυτά πρέπει να εκπλύνονται σχολαστικά.

6. ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Βλέπε μέθοδο αριθ. 1 στο Π.Δ. 1370/81 (Φ.Ε.Κ. 340/Α/81)

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Δείγμα ανάλυσης

Ζυγίστε ποσότητα λιπάσματος μεταξύ 2 και 10 g ανάλογα με την αναμενόμενη περιεκτικότητα του εκάστοτε στοιχείου στο προϊόν. Χρησιμοποιείται ο παρακάτω πίνακας για να ληφθεί ένα τελικό διάλυμα, το οποίο, μετά από κατάλληλη αραίωση, ευρίσκεται από πλευράς συγκέντρωσης στην περιοχή μετρήσεων κάθε μεθόδου. Τα δείγματα ζυγίζονται με ακρίβεια 1 mg.

Δηλωμένη περιεκτικότητα του ιχνοστοιχείου στο λίπασμα (%)	<0,01	0,01-<5	5-10
Δείγμα ανάλυσης (g)	10	5	2
Μάζα του στοιχείου, στο δείγμα ανάλυσης (mg)	1	0,5-250	100-200
Όγκος του εκχυλίσματος V (ml)	250	500	500
Συγκέντρωση του στοιχείου στο εκχύλισμα (mg/l)	4	1-500	200-400

Τα δείγματα ανάλυσης τοποθετούνται σε ποτήρια ζέσεως των 250 ml.

7.2. Προετοιμασία του διαλύματος

Το δείγμα ανάλυσης υγραίνεται, εφόσον είναι απαραίτητο, με λίγο νερό, και προστίθενται αρχικά, σε μικρές δόσεις και με προσοχή, 10 ml αραιού υδροχλωρικού οξέος (σημείο 4.1) ανά γραμμάριο χρησιμοποιούμενου λιπάσματος και προστίθενται, κατόπιν, 50 ml νερού. Το ποτήρι ζέσεως καλύπτεται με γυαλί ρολογιού και το περιεχόμενό του αναμιγνύεται. Το σύνολο θερμαίνεται στη θερμαντική εστία μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται για μισή ώρα. Αφήνεται να ψυχθεί ενώ ανακινείται κατά διαστήματα. Μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 250 ή 500 ml (βλέπε πίνακα). Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό. Το διάλυμα ομοιογενοποιείται και διηθείται με ξηρό ηθμό σε ξηρό υποδοχέα. Η πρώτη ποσότητα διηθήματος απορρίπτεται. Το εκχύλισμα πρέπει να είναι απόλυτα διαυγές.

Συνιστάται να εκτελούνται οι ποσοτικές αναλύσεις το ταχύτερον δυνατόν σε κατάλληλες ποσότητες του διαυγούς διηθήματος.

Παρατήρηση: Εκχυλίσματα στα οποία πρέπει να προσδιοριστεί η περιεκτικότητα σε βόριο: πρέπει να ρυθμιστεί το pH των εκχυλισμάτων αυτών σε μία τιμή μεταξύ 4 και 6 με πυκνό διάλυμα αμμωνίας (σημείο 4.2).

8. ΠΟΣΟΤΙΚΟΙ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΙ

Ο προσδιορισμός κάθε ιχνοστοιχείου πραγματοποιείται σε κατάλληλες ποσότητες που αναφέρονται στις ειδικές μεθόδους για τα στοιχεία αυτά.

Οι οργανικοί παράγοντες χηλικής ή άλλης συμπλοκοποίησης, αν υπάρχουν, απομακρύνονται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.3. Προκειμένου για ποσοτική ανάλυση με φασματομετρία ατομικής απορροφήσεως, η απομάκρυνση αυτή είναι κατά κανόνα περιττή.

Μέθοδος 9.2

ΕΚΧΥΛΙΣΗ ΤΩΝ ΥΔΑΤΟΔΙΑΛΥΤΩΝ ΙΧΝΟΣΤΟΙΧΕΙΩΝ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο καθορίζεται μέθοδος εκχύλισης των υδατοδιαλυτών μορφών των παρακάτω ιχνοστοιχείων: βορίου, κοβαλτίου, χαλκού, σιδήρου, μαγγανίου, μολυβδαινίου και ψευδαργύρου. Στόχος είναι να γίνονται ελάχιστες εκχυλίσεις, χρησιμοποιώντας, κατά το δυνατόν, το ίδιο εκχύλισμα προκειμένου να προσδιοριστεί η περιεκτικότητα σε καθένα από τα ανωτέρω ιχνοστοιχεία.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα λιπάσματα ΕΟΚ τα οποία συμπεριλαμβάνονται στο Π.Δ. 441/91 και περιέχουν ένα ή περισσότερα από τα ακόλουθα ιχνοστοιχεία: βορίου, κοβαλτιου, χαλκού, σιδήρου, μαγγανίου, μολυβδαινίου και ψευδαργύρου. Εφαρμόζεται για τον προσδιορισμό κάθε ιχνοστοιχείου του οποίου η δηλωμένη περιεκτικότητα είναι μικρότερη ή ίση με 10%.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Τα ιχνοστοιχεία εκχυλίζονται με ανάδευση του λιπάσματος μέσα σε νερό σε θερμοκρασία 20 ± 2 °C.

Σημείωση: Η εκχύλιση είναι εμπειρική και μπορεί να είναι λιγότερο ή περισσότερο πλήρης.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος περίπου 6 M

Ένας όγκος υδροχλωρικού οξέος (HCl, d = 1,18 g/ml) αναμιγνύεται με έναν όγκο νερού.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Περιστρεφόμενος αναδευτήρας ρυθμισμένος στις 35 έως 40 περίπου στροφές ανά λεπτό.

5.2. Πεχάμετρο

Σημείωση: Αν προβλέπεται ποσοτική ανάλυση του βορίου στο εκχύλισμα, απαγορεύεται να χρησιμοποιηθούν σκεύη από βοριοπυριτικό γυαλί. Για την εκχύλιση αυτή κατάλληλα υλικά είναι το τεφλόν ή το διοξείδιο του πυριτίου. Όταν χρησιμοποιούνται απορρυπαντικά που περιέχουν βορικά άλατα για τον καθαρισμό των γυάλινων σκευών, τα σκεύη αυτά πρέπει να εκπλύνονται σχολαστικά.

6. ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Βλέπε μέθοδο αριθ. 1 (Π.Δ.1370/81 ΦΕΚ 340/Α/81)

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Δείγμα ανάλυσης

Ζυγίστε ποσότητα λιπάσματος μεταξύ 2 και 10 g ανάλογα με την αναμενόμενη περιεκτικότητα του προϊόντος στο εκάστοτε στοιχείο. Χρησιμοποιείται ο παρακάτω πίνακας για να ληφθεί ένα τελικό διάλυμα, το οποίο, μετά από κατάλληλη αραίωση, περικλείεται από πλευράς συγκέντρωσης στην περιοχή μετρήσεων κάθε μεθόδου. Τα δείγματα ανάλυσης ζυγίζονται με ακρίβεια 1 mg.

Δηλωμένη περιεκτικότητα του ιχνοστοιχείου στο λίπασμα (%)	<0,01	0,01-5	5-10
Μάζα δείγματος ανάλυσης (g)	10	5	2
Μάζα του στοιχείου στο δείγμα ανάλυσης (mg)	1	0,5-250	100-200
Όγκος του εκχυλίσματος V (ml)	250	500	500
Συγκέντρωση του στοιχείου στο εκχύλισμα (mg/l)	4	1-500	200-400

Το δείγμα ανάλυσης φέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 250 ή 500 ml (σύμφωνα με τον πίνακα).

7.2. Διαλυτοποίηση

Προστίθενται περίπου 200 ml νερού σε φιάλη των 250 ml και 400 ml νερού για μια φιάλη των 500 ml.

Η φιάλη πωματίζεται επιμελώς, ανακινείται ζωηρά με το χέρι ώστε να επιτευχθεί καλή διασπορά του δείγματος και έπειτα τοποθετείται στον αναδευτήρα (σημείο 5.1) για 30 λεπτά.

Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και το εκχύλισμα ομοιογενοποιείται.

7.3. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Ακολουθεί αμέσως διήθηση σε καθαρή και ξηρή φιάλη. Η φιάλη πωματίζεται. Συνιστάται να εκτελούνται οι ποσοτικές αναλύσεις αμέσως μετά τη διήθηση.

Σημείωση: Αν το διήθημα θολώνει προοδευτικά επαναλαμβάνεται η εκχύλιση σύμφωνα με τα σημεία 7.1 και 7.2 σε μια ογκομετρική φιάλη όγκου Ve. Ένα μέρος του εκχυλίσματος διηθείται σε ξηρά ογκομετρική φιάλη, χωρητικότητας W, στην οποία προηγουμένως έχουν τοποθετηθεί 5,00 ml υδροχλωρικού οξέος (σημείο 4.1). Η διήθηση διακόπτεται ακριβώς τη στιγμή που ο όγκος του διηθήματος φθάνει τη χαραγή της φιάλης. Το διήθημα ομογενοποιείται.

Στις συνθήκες αυτές ο όγκος του εκχυλίσματος είναι:

$$V = Ve \times W / (W - 5).$$

Αυτή η τιμή του V χρησιμοποιείται στην έκφραση των αποτελεσμάτων και αναφέρεται στις αραιώσεις.

8. ΠΟΣΟΤΙΚΟΙ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΙ

Ο προσδιορισμός κάθε ιχνοστοιχείου πραγματοποιείται σε κατάλληλες ποσότητες ανάλογα με τις ειδικές μεθόδους που χρησιμοποιούνται για τα στοιχεία αυτά.

Οι οργανικοί παράγοντες χηλικής ή άλλης συμπλοκοποίησης, αν υπάρχουν, απομακρύνονται σύμφωνα με τη μέθοδο 9.3. Υπενθυμίζεται ότι, προκειμένου για ποσοτική ανάλυση με φασματομετρία ατομικής απορροφήσεως, η απομάκρυνση αυτή είναι κατά κανόνα περιττή.

Μέθοδος 9.3

ΑΠΟΜΑΚΡΥΝΣΗ ΤΩΝ ΟΡΓΑΝΙΚΩΝ ΕΝΩΣΕΩΝ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος απομάκρυνσης των οργανικών ενώσεων στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα λιπασμάτων ΕΟΚ που καλύπτονται από το Π.Δ. 441/91 ΦΕΚ 162/Α/91.

Σημείωση: Στις περισσότερες περιπτώσεις, η παρουσία οργανικών υλών σε μικρή ποσότητα δεν επηρεάζει τους προσδιορισμούς με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Οι οργανικές ενώσεις που περιέχονται σε κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος οξειδώνονται με υπεροξείδιο του υδρογόνου.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος περίπου 0,5 M

1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (HCl, d = 1,18 g/ml) αναμιγνύεται με 20 όγκους νερού.

4.2. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (H_2O_2 30 % d = 1,11 g/ml) απαλλαγμένο από ιχνοστοιχεία

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Ηλεκτρική θερμαντική εστία ρυθμιζόμενης θερμοκρασίας.

6. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Λαμβάνονται 25 ml από το διάλυμα της εκχύλισης που έχει ληφθεί σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή τη μέθοδο 9.2 και φέρονται σε ποτήρι ζέσεως των 100 ml. Αν πρόκειται για εκχύλιση με τη μέθοδο 9.2, προστίθενται 5 ml διαλύματος αραιού υδροχλωρικού οξέος (σημείο 4.1). Προστίθενται έπειτα 5 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (σημείο 4.2). Το ποτήρι καλύπτεται με γυαλί ρολογιού. Η οξείδωση αφήνεται να συμπληρωθεί εν ψυχρώ μία ώρα περίπου και, στη συνέχεια, το διάλυμα θερμαίνεται προοδευτικά μέχρι βρασμού, ο οποίος διατηρείται μισή ώρα. Αν είναι απαραίτητο, προστίθενται άλλα 5 ml υπεροξειδίου του υδρογόνου στο διάλυμα, όταν κρυώσει. Κατόπιν, εκδιώκεται με βρασμό η περίσσεια υπεροξειδίου του υδρογόνου. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί και μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 50 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό.μέχρι την χαραγή. Το διάλυμα ομογενοποιείται,αν είναι αναγκαίο,διηθείται

Η παραπάνω αραίωση λαμβάνεται υπόψη στη λήψη των κατάλληλων ποσοτήτων και στον υπολογισμό της εκατοστιαίας αναλογίας του ιχνοστοιχείου στο προϊόν.

Μέθοδος 9.4

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΩΝ ΙΧΝΟΣΤΟΙΧΕΙΩΝ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΜΕΤΡΙΑ ΑΤΟΜΙΚΗΣ ΑΠΟΡΡΟΦΗΣΗΣ

(ΓΕΝΙΚΟΣ ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ)

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται ένας γενικός τρόπος εργασίας για τον ποσοτικό προσδιορισμό ορισμένων ιχνοστοιχείων, που περιέχονται στα εκχυλίσματα λιπασμάτων, με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Αυτός ο τρόπος εργασίας εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 και 9.2 από λιπάσματα, για τα οποία το Π.Δ.441/91 προβλέπει τον προσδιορισμό του ολικού ή/και του υδατοδιαλυτού στοιχείου.

Οι προσαρμογές αυτού του τρόπου εργασίας για την ανάλυση των διαφόρων ιχνοστοιχείων καθορίζονται στις σχετικές με το εκάστοτε ιχνοστοιχείο μεθόδους.

Σημείωση: Η παρουσία μικρών ποσοτήτων οργανικής ύλης δεν επιδρά στους προσδιορισμούς με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά την κατεργασία ενδεχομένως του εκχυλίσματος για τη μείωση ή την απομάκρυνση των χημικών μορίων με παρεμποδιστική δράση, το εκχύλισμα αραιώνεται με τρόπο ώστε η συγκέντρωσή του να εμπίπτει στην περιοχή βέλτιστης απόκρισης του φασματομέτρου στο μήκος κύματος που είναι κατάλληλο για το προς ανάλυση στοιχείο.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος HCl περίπου 6 M

Αναμιγνύεται 1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (HCl, d = 1,18 g/ml) με 1 όγκο νερού.

4.2. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος HCl περίπου 0,5 M

Αναμιγνύεται 1 όγκος υδροχλωρικού οξέος (HCl, d = 1,18 g/ml) με 20 όγκους νερού.

4.3. Διάλυμα άλατος του λανθανίου συγκεντρώσεως 10 g La ανά λίτρο

Το αντιδραστήριο αυτό χρησιμοποιείται στην ποσοτική ανάλυση του κοβαλτίου, του σιδήρου, του μαγγανίου και του ψευδαργύρου. Μπορεί να παρασκευαστεί από:

α) Οξείδιο του λανθανίου διαλελυμένο σε υδροχλωρικό οξύ (σημείο 4,1):

Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου σχηματίζεται εναιώρημα 11,73 g οξειδίου του λανθανίου (La_2O_3) σε 150 ml νερού και κατόπιν προστίθενται 120 ml υδροχλωρικού οξέος 6 M. Διαλύεται και στη συνέχεια συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι το 1 λίτρο με νερό. Το διάλυμα ομοιογενοποιείται. Το διάλυμα αυτό περιέχει περίπου 0,5 M ελεύθερου υδροχλωρικού οξέος.

β) με διαλύματα χλωριούχου λανθανίου, θειικού λανθανίου ή νιτρικού λανθανίου:

Σε ογκομετρική φιάλη του 1 λίτρου διαλύονται 26,7 g επταενύδρου χλωριούχου λανθανίου ($LaCl_3 \cdot 7H_2O$) ή 31,2 g εξαενύδρου νιτρικού λανθανίου [$La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$] ή 26,2 g εννιαενύδρου θειικού λανθανίου [$La_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$] σε 150 ml νερού και κατόπιν προστίθενται 85 ml υδροχλωρικού οξέος 6 M. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι το 1 λίτρο με νερό και το σύνολο ομοιογενοποιείται. Το διάλυμα αυτό περιέχει περίπου 0,5 M ελεύθερου υδροχλωρικού οξέος.

4.4. Πρότυπα διαλύματα

Για την παρασκευή τους βλέπε τις σχετικές με το κάθε ιχνοστοιχείο μεθόδους ανάλυσης.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης κατάλληλα εξοπλισμένο και ικανό να δέχεται τις πηγές που εκπέμπουν τις χαρακτηριστικές φασματικές γραμμές των προς ανάλυση ιχνοστοιχείων.

Για τη χρήση του, ο χημικός θα πρέπει να ακολουθεί τις οδηγίες του κατασκευαστή του οργάνου και να είναι εξοικειωμένος με το χειρισμό του. Το φασματόμετρο πρέπει να επιτρέπει διόρθωση του θορύβου υποστρώματος από τη φλόγα, ώστε η σχετική διάταξη να μπορεί να χρησιμοποιηθεί σε περίπτωση ανάγκης (για το Co και τον Zn). Τα χρησιμοποιούμενα αέρια είναι αέρας και ακετυλένιο, εκτός εάν υπάρχουν αντίθετες οδηγίες στην μέθοδο τη σχετική μ' ένα στοιχείο.

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση των προς ανάλυση στοιχείων

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 κατά περίπτωση μέθοδο 9.3.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Μία κατάλληλη ποσότητα του εκχυλίσματος, που έχει ληφθεί σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1, ή 9.2 ή 9.3, αραιώνεται με νερό ή/και με υδροχλωρικό οξύ (σημείο 4.1) ή (σημείο 4.2), με τρόπο ώστε το τελικό διάλυμα για τις μετρήσεις να έχει συγκέντρωση στο προς ανάλυση στοιχείο περικλειόμενη στην κλίμακα αναφοράς που πρόκειται να χρησιμοποιηθεί (σημείο 7.2) και, επίσης, συγκέντρωση σε υδροχλωρικό οξύ τουλάχιστον 0,5 M περίπου και όχι μεγαλύτερη από 2,5 M. Η εργασία αυτή ενδέχεται να απαιτεί μία ή περισσότερες αραιώσεις.

Λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα από την τελευταία αραίωση του διαλύματος της εκχύλισης — έστω (α) ο όγκος της σε ml — και φέρεται σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml. Για τον προσδιορισμό του κοβαλτίου, του σιδήρου του μαγγανίου και του ψευδαργύρου προστίθενται 10 ml από το διάλυμα άλατος του λανθανίου (σημείο 4.3). Ο όγκος συμπληρώνεται με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (σημείο 4.2) και το σύνολο ομοιογενοποιείται. Αυτό είναι το τελικό διάλυμα για τις μετρήσεις. Έστω D ο συντελεστής αραίωσης.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Προετοιμασία του τυφλού διαλύματος

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα με εφαρμογή όλης της διαδικασίας από την εκχύλιση, από την οποία παραλείπεται μόνο το δείγμα ανάλυσης του λιπάσματος.

7.2. Παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων για την καμπύλη αναφοράς

Από το πρότυπο διάλυμα εργασίας, που έχει παρασκευαστεί σύμφωνα με την μέθοδο που περιγράφεται για κάθε ιχνοστοιχείο, παρασκευάζεται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml, σειρά πέντε τουλάχιστον διαλυμάτων αναφοράς με αυξανόμενες συγκεντρώσεις, ώστε να αντιστοιχούν στη βέλτιστη περιοχή ανάλυσης του οργάνου. Ρυθμίζεται αν χριαστεί η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη του αραιωμένου διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2). Για τον προσδιορισμό του κοβαλτίου, του σιδήρου, του μαγγανίου και του ψευδαργύρου προστίθενται 10 ml από το ίδιο διάλυμα άλατος του λανθανίου (σημείο 4.3) που έχει χρησιμοποιηθεί (σημείο 6.2.). Ο όγκος συμπληρώνεται με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (σημείο 4.2) και το σύνολο ομοιογενοποιείται.

7.3. Μετρήσεις

Το φασματόμετρο (σημείο 5) ετοιμάζεται για τις μετρήσεις και ρυθμίζεται το μήκος κύματος στην τιμή που καθορίζεται στη σχετική με το κάθε στοιχείο μέθοδο.

Ψεκάζονται διαδοχικά τα πρότυπα διαλύματα αναφοράς (σημείο 7.2), το διάλυμα ανάλυσης (σημείο 6.2) και το τυφλό διάλυμα (σημείο 7.1), το καθένα τρεις φορές και με καταγραφή κάθε αποτελέσματος ενώ, μετά από κάθε ψεκασμό, το όργανο εκπλύνεται πολύ καλά με απεσταγμένο νερό.

Σχεδιάζεται καμπύλη αναφοράς με τεταγμένη τη μέση τιμή των ενδείξεων που παρέχει το φασματόμετρο (σημείο 7.2) και τετμημένη την αντίστοιχη συγκέντρωση στο προς ανάλυση στοιχείο εκφρασμένη σε μg ανά ml.

Με βάση την καμπύλη αυτή προσδιορίζονται οι συγκεντρώσεις του διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2) και του τυφλού διαλύματος (σημείο 7.1), στο προς ανάλυση στοιχείο, οι οποίες σημειώνονται με (X_s) και (X_b) και εκφράζονται σε μg ανά ml.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Η εκατοστιαία αναλογία του ιχνοστοιχείου (Ε) στο λίπασμα είναι ίση:

$$E \% \text{ στο λίπασμα} = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Αν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος (9.3):

$$E \% \text{ στο λίπασμα} = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

όπου:

Ε είναι η ποσότητα του προς ανάλυση στοιχείου εκφρασμένη σε εκατοστιαία αναλογία του στοιχείου στο λίπασμα,

x_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2), σε μg/ml,

x_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (σημείο 7.1) σε μg/ml,

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε ml,

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που αντιστοιχεί στην αραίωση που έχει πραγματοποιηθεί στο σημείο 6.2,

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε γραμμάρια.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D:

Αν (α1), (α2), (α3), .., (αi) και (α) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3), .., (vi) και (100) οι όγκοι, σε ml, των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/\alpha1) \times (v2/\alpha2) \times (v3/\alpha3) \times . \times . \times . \times (vi/\alpha i) \times (100/\alpha)$$

Μέθοδος 9.5

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΒΟΡΙΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ

ΦΑΣΜΑΤΟΦΩΤΟΜΕΤΡΙΚΗ ΜΕΘΟΔΟΣ ΤΗΣ ΑΖΩΜΕΘΙΝΗΣ-Η

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ·

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος προσδιορισμού του βορίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 ή/και 9.2, από λιπάσματα, για τα οποία, όπως προβλέπει το Π.Δ. 44?/91 πρέπει να δηλώνεται η συνολική και υδατοδιαλυτή περιεκτικότητα σε βόριο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Τα βορικά ιόντα σχηματίζουν με διάλυμα αζωμεθίνης-Η ένα κίτρινο σύμπλοκο, του οποίου η συγκέντρωση προσδιορίζεται με φασματομετρία μοριακής απορρόφησης στα 410 nm. Τα παρεμποδίζοντα ιόντα δεσμεύονται με το EDTA.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Ρυθμιστικό διάλυμα EDTA

Σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml, που ήδη περιέχει 300 ml νερού, φέρονται:

— 75 g οξικού αμμωνίουη (NH_4OOCCH_3),

— 10 g διvατρίου άλατος του αιθυλενοδιαμινοτετραοξικού οξέος (Na_2EDTA)

— 40 ml οξικού οξέος (CH_3COOH, d : 1,05 g/ml).

Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 500 ml με νερό. Το διάλυμα ομοιογενοποιείται επιμελώς. Το pH του διαλύματος πρέπει να είναι 4,8 ± 0,1, εξακριβωμένο με ηλεκτρόδιο υάλου.

4.2. Διάλυμα αζωμεθίνης-Η

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml, φέρονται:

— 10 ml ρυθμιστικού διαλύματος (σημείο 4.1),
— 400 mg αζωμεθίνης-Η ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$),
— 2 g ασκορβικού οξέος ($C_6H_8O_6$).

Συμπληρώνεται ο όγκος και το μείγμα ομοιογενοποιείται. Δεν πρέπει να παρασκευάζονται μεγάλες ποσότητες του αντιδραστηρίου αυτού γιατί παραμένει σταθερό μόνο για λίγες ημέρες.

4.3. Πρότυπα διαλύματα βορίου

4.3.1. Αρχικό διάλυμα βορίου των 100 μg/ml

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml διαλύονται σε νερό 0,5719 g βορικού οξέος (H_3BO_3). Ο όγκο συμπληρώνεται μέχρι τα 1 000 ml με νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση. Το διάλυμα μεταγγίζεται σε πλαστική φιάλη αντιδραστηρίων και φυλάσσεται στο ψυγείο.

4.3.2. Πρότυπο διάλυμα εργασίας βορίου (10 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 500 ml φέρονται 50 ml από το αρχικό διάλυμα (σημείο 4.3.1). Ο όγκος συμπληρώνεται με νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φασματόμετρο κατάλληλα εξοπλισμένο για μοριακή απορρόφηση, εφοδιασμένο με κυψελίδες οπτικής διαδρομής 10 mm και ρυθμισμένο σε μήκος κύματος 410 nm.

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση του βορίου:

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και κατά περίπτωση τη μέθοδο 9.3.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Μία ορισμένη ποσότητα του εκχυλίσματος (σημείο 6.1) αραιώνεται με νερό ώστε να ληφθεί κατάλληλη για την ποσοτική ανάλυση συγκέντρωση σε βόριο όπως αναφέρεται στο σημείο 7.2. Ενδέχεται να απαιτηθούν δύο διαδοχικές αραιώσεις. Έστω D ο συντελεστής αραίωσης.

6.3. Παρασκευή του διαλύματος διόρθωσης

Αν το διάλυμα δοκιμής (σημείο 6.2) είναι έγχρωμο, παρασκευάζεται αντίστοιχο διάλυμα διόρθωσης ως εξής: σε πλαστική φιάλη φέρονται 5 ml διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2), 5 ml ρυθμιστικού διαλύματος EDTA (σημείο 4.1) και 5 ml νερού. Το σύνολο ομοιογενοποιείται.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Προετοιμασία του τυφλού διαλύματος

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα με εφαρμογή όλης της διαδικασίας από την εκχύλιση, από την οποία παραλείπεται μόνο το δείγμα ανάλυσης του λιπάσματος.

7.2. Παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων για την καμπύλη αναφοράς.

Σε σειρά ογκομετρικών φιαλών των 100 ml, φέρονται 0, 5, 10, 15, 20 και 25 ml από το πρότυπο διάλυμα εργασίας (σημείο 4.3.2). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με νερό και το σύνολο ομοιογενοποιείται. Τα διαλύματα αυτά περιέχουν από 0 έως 2,5 μg/ml βορίου.

7.3. Ανάπτυξη του χρώματος.

Σε σειρά πλαστικών φιαλών φέρονται 5 ml από τα διαλύματα αναφοράς (σημείο 7.2), από το διάλυμα ανάλυσης (σημείο 6.2), και από το τυφλό διάλυμα (σημείο 7.1).

Προστίθενται 5 ml ρυθμιστικού διαλύματος EDTA (σημείο 4.1) και 5 ml διαλύματος αζωμεθίνης-Η (σημείο 4.2).

Το σύνολο ομοιογενοποιείται και αφήνεται δυόμιση έως τρεις ώρες στο σκοτάδι για να αναπτυχθεί το χρώμα.

7.4. Μετρήσεις

Σε μήκος κύματος 410 nm καταγράφεται η απορρόφηση των δειγμάτων που παρασκευάσθηκαν στην παράγραφο (σημείο 6.3), κατά περίπτωση, του διαλύματος διόρθωσης (σημείο 6.3) έναντι του νερού. Πριν από κάθε μέτρηση του επόμενου διαλύματος, οι κυψελίδες εκπλύνονται με νερό.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Σχεδιάζεται καμπύλη αναφοράς με τετμημένη τις συγκεντρώσεις των προτύπων διαλυμάτων αναφοράς (σημείο 7.2) και τεταγμένη τις αντίστοιχες τιμές απορρόφησης (σημείο 7.4), που παρέχει το φασματοφωτόμετρο.

Με βάση την καμπύλη αναφοράς προσδιορίζονται η συγκέντρωση σε βόριο του τυφλού διαλύματος (σημείο 7.1), η συγκέντρωση σε βόριο (B) του διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2) και κατά περίπτωση, αν το διάλυμα ανάλυσης είναι έγχρωμο, η διορθωμένη συγκέντρωσή του. Για τον υπολογισμό της τελευταίας αφαιρείται η τιμή απορρόφησης που αντιστοιχεί στο διάλυμα διόρθωσης (σημείο 6.3) από εκείνη που αντιστοιχεί στο διάλυμα ανάλυσης (σημείο 6.2) και, από την καμπύλη αναφοράς, προσδιορίζεται η διορθωμένη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2). Η συγκέντρωση ή η διορθωμένη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης σημειώνεται με (x_s) και η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος με (x_b).

Η εκατοστιαία αναλογία του βορίου στο λίπασμα είναι:

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D]/M \times 10^4)$$

Αν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος (9.3):

$$B\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

όπου:

B είναι η εκατοστιαία αναλογία του βορίου (B) στο λίπασμα,

x_s είναι η συγκέντρωση ή η διορθωμένη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2) σε μg/ml,

x_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (σημείο 7.1), σε μg/ml,

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε ml,

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που αντιστοιχεί στην αραίωση που έχει πραγματοποιηθεί στο σημείο 6.2,

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε γραμμάρια.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D

Αν (a1), (a2) είναι οι διαδοχικές κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2) οι όγκοι, σε ml, των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Μέθοδος 9.6

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΚΟΒΑΛΤΙΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ

ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΜΕΤΡΙΑ ΑΤΟΜΙΚΗΣ ΑΠΟΡΡΟΦΗΣΗΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης του κοβαλτίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα δείγματα προς ανάλυση των λιπασμάτων που έχουν εκχυλισθεί με τις μεθόδους 9.1 ή/και 9.2, για τα οποία, όπως προβλέπει το Π.Δ. 441/91 πρέπει να δηλώνεται η ολική ή/και υδατοδιαλυτή περιεκτικότητα σε κοβάλτιο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά το κοβάλτιο με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 6 M

Βλέπε μέθοδος 9.4 παράγραφος 4.1.

4.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 0,5 M

Βλέπε μέθοδος 9.4 παράγραφος 4.2.

4.3. Διάλυμα άλατος του λανθανίου συγκεντρώσεως (10 g La ανά λίτρο)

Βλέπε μέθοδος 9.4 παράγραφος 4.3.

4.4. Πρότυπα διαλύματα κοβαλτίου

4.4.1. Αρχικό διάλυμα κοβαλτίου 1 000 μg/ml

Σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml διαλύονται 1 g μεταλλικού κοβαλτίου ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg σε 25 ml υδροχλωρικού οξέος 6 M (σημείο 4.1). Το σύνολο θερμαίνεται σε θερμαντική εστία μέχρι πλήρους διαλύσεως. Το διάλυμα μεταγγίζεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τα 1 000 ml με νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

4.4.2. Πρότυπο διάλυμα εργασίας κοβαλτίου συγκεντρώσεως 100 μg/ml

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml φέρονται 10 ml αρχικού διαλύματος (σημείο 4.4.1). Ο όγκος συμπληρώνεται με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (σημείο 4.2) και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 5. Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του κοβαλτίου (240,7 nm) καθώς και με διάταξη για διόρθωση του θορύβου από τη φλόγα.

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση του κοβαλτίου

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και κατά περίπτωση τη μέθοδο 9.3.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 6.2. Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10% (v/v) διαλύματος άλατος του λανθανίου (4.3).

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Προετοιμασία του τυφλού διαλύματος.

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.1. Το τυφλό διάλυμα πρέπει να περιέχει 10% (v/v) του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2.

7.2. Παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων αναφοράς

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.2.

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 5 μg/ml κοβαλτίου, φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml: 0 -0,5 -1 -2 -3 -4 και 5 ml αντίστοιχα από το πρότυπο διάλυμα εργασίας (σημείο 4.4.2). Ρυθμίζεται αν χρειαστεί η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέως 0,5 M (4.2) και το σύνολο ομοιογενοποιείται. Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν αντίστοιχα 0 -0,5 -1 -2 -3 -4 και 5 μg/ml κοβαλτίου.

7.3. Μετρήσεις

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.3. Το φασματόμετρο (σημείο 5) ετοιμάζεται για τις μετρήσεις στο μήκος κύματος των 240,7 nm.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 8.

Η εκατοστιαία αναλογία του κοβαλτίου στο λίπασμα είναι ίση με:

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / M \times 10^4)$$

Αν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος (9.3):

$$Co\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

όπου

Co είναι η ποσότητα του κοβαλτίου (Co), εκφρασμένη σε εκατοστιαία αναλογία του στοιχείου στο λίπασμα,

x_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2), σε μg/ml,

x_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (σημείο 7.1), σε μg/ml,

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2 σε ml,

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που αντιστοιχεί στην αραίωση που έχει πραγματοποιηθεί στο σημείο 6.2,

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε γραμμάρια.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D:

Αν (α1), (α2), (α3), ., ., (αi) και (α) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3), ., ., (vi) και (100) οι όγκοι, σε ml, των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/\alpha1) \times (v2/\alpha2) \times (v3/\alpha3) \times . \times . \times . \times (vi/\alpha i) \times (100/\alpha)$$

Μέθοδος 9.7

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΧΑΛΚΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΜΕΤΡΙΑ ΑΤΟΜΙΚΗΣ ΑΠΟΡΡΟΦΗΣΗΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης του κοβαλτίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 ή/και 9.2, από τα λιπάσματα, για τα οποία, όπως προβλέπει [illegible]/91 πρέπει να δηλώνεται η ολική ή/και υδατοδιαλυτή περιεκτικότητα σε χαλκό.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά ο χαλκός με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 6 M

Βλέπε μέθοδος 9.4 σημείο 4.1.

4.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 0,5 M

Βλέπε μέθοδος 9.4 σημείο 4.2.

4.3. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (30 % H_2O_2, d = 1,11 g/ml) απαλλαγμένο από ιχνοστοιχεία.

Βλέπε μέθοδος 9.4 σημείο 4.3.

4.4. Πρότυπα διαλύματα χαλκού

4.4.1. Αρχικό διάλυμα χαλκού (1 000 μg/ml)

Σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml διαλύονται 1 g σκόνης χαλκού, ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg σε 25 ml υδροχλωρικού οξέος 6 M (σημείο 4.3). Προστίθενται 5 ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (σημείο 4.3) και θερμαίνεται σε ηλεκτρική εστία μέχρι πλήρους διαλυτοποίησης. Το διάλυμα μεταφέρεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml όταν κρυώσει. Συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τα 1 000 ml με νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

4.4.2. Πρότυπο διάλυμα εργασίας χαλκού (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml φέρονται 20 ml του αρχικού διαλύματος (σημείο 4.4.1). Ο όγκος συμπληρώνεται με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (σημείο 4.2) και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 5. Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του χαλκού (324,8 nm).

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση του χαλκού

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και κατά περίπτωση τη μέθοδο 9.3.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 6.2.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Παρασκευή του τυφλού διαλύματος.

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.1.

7.2. Παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων αναφοράς

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.2.

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 5 μg/ml χαλκού (Cu), φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml: 0 -0,5 -1 -2 -3 -4 και 5 ml αντίστοιχα από το πρότυπο διάλυμα εργασίας (σημείο 4.4.2). Ρυθμίζεται αν χρειαστεί η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (6.2). Ο όγκος συμπληρώνεται με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέως 0,5 M (σημείο 4.2) και το σύνολο ομοιογενοποιείται. Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν αντίστοιχα 0 -0,5 -1 -2 -3 -4 και 5 μg/ml χαλκού.

7.3. Μετρήσεις

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.3. Το φασματόμετρο (σημείο 5) ετοιμάζεται για τις μετρήσεις στο μήκος κύματος των 324,8 nm.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 8.

Η εκατοστιαία αναλογία του χαλκού στο λίπασμα είναι ίση με:

$$Cu \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / M \times 10^4)$$

Αν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος (9.3):

$$Cu \% = [x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

όπου:

Cu είναι η ποσότητα του χαλκού, εκφρασμένη σε εκατοστιαία αναλογία του στοιχείου στο λίπασμα,

x_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2), σε μg/ml,

x_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (σημείο 7.1) σε μg/ml,

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε ml,

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που αντιστοιχεί στην αραίωση που έχει πραγματοποιηθεί στο σημείο 6.2,

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε γραμμάρια.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D:

Αν (α1), (α2), (α3), .., .. (αi) και (α) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3), .., .. (vi) και (100) οι όγκοι, σε ml, των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/\alpha 1) \times (v2/\alpha 2) \times (v3/\alpha 3) \times . \times . \times . \times (vi/\alpha i) \times (100/\alpha)$$

Μέθοδος 9.8

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΣΙΔΗΡΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΜΕΤΡΙΑ ΑΤΟΜΙΚΗΣ ΑΠΟΡΡΟΦΗΣΕΩΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος προσδιορισμού του σιδήρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 από τα λιπάσματα, για τα οποία, όπως προβλέπει [illegible] πρέπει να δηλώνεται η συνολική ή/και η υδατοδιαλυτή περριεκτικότητα σε σίδηρο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση του εκχυλίσματος, προσδιορίζεται ποσοτικά ο σίδηρος με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 6 M

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 4.1.

4.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 0,5 M

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 4.2.

4.3. Διάλυμα υπεροξειδίου του υδρογόνου (30 % H_2O_2, d = 1,11 g/ml), απαλλαγμένο από ιχνοστοιχεία.

4.4. Διάλυμα άλατος του λανθανίου συγκεντρώσεως 10 gr La/λίτρο)

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 4.3.

4.5. Πρότυπα διαλύματα σιδήρου

4.5.1. Αρχικό διάλυμα σιδήρου (100 μg/ml)

Σε ποτήρι ζέσεως των 500 ml διαλύονται 1 g σύρματος καθαρού σιδήρου, ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg σε 200 ml περίπου υδροχλωρικού οξέος 6 Μ (σημείο 4.1). Προστίθενται 1ς ml διαλύματος υπεροξειδίου του υδρογόνου (σημείο 4.3). Το διάλυμα θερμαίνεται σε ηλεκτρική εστία μέχρι πλήρους διαλυτοποίησης του σιδήρου. Όταν κρυώσει μεταφέρεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τα 1 000 ml με νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

4.5.2. Πρότυπο διάλυμα εργασίας σιδήρου (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml φέρονται 20 ml του αρχικού διαλύματος (σημείο 4.5.1). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 200 ml με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 Μ (σημείο 4.2) και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: βλέπε μέθοδο 9.4, σημείο 5. Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του σιδήρου (248,3 nm).

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση του σιδήρου

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και κατά περίπτωση τη μέθοδο 9.3.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 6.2. Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) διαλύματος άλατος του λανθανίου.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Προετοιμασία του τυφλού διαλύματος.

Βλέπε μέθοδο 9.4, σημείο 7.1. Το τυφλό διάλυμα πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2.

7.2. Παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων αναφοράς

Βλέπε μέθοδο 9.4, σημείο 7.2.

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 10 μg/ml σιδήρου φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml: 0-2-4-6-8 και 10 ml από το πρότυπο διάλυμα εργασίας (σημείο 4.5.2). Ρυθμίζεται αν χρειαστεί η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέως 0,5 Μ (σημείο 4.2)και το σύνολο ομοιογενοποιείται. Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν αντίστοιχα 0-2-4-6-8 και 10 μg/ml σιδήρου αντίστοιχα.

7.3. Μετρήσεις

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.3. Το φασματόμετρο (σημείο 5) ετοιμάζεται για τις μετρήσεις στο μήκος κύματος των 248,3 nm.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 8.

Η εκατοστιαία αναλογία του σιδήρου (Fe) στο λίπασμα είναι ίση με:

$$Fe\,\% = [(x_s - x_b) \times V \times D)] / (M \times 10^4)$$

Αν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3.

$$Fe\,\% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D)] / (M \times 10^4)$$

όπου:

F_e είναι η ποσότητα του σιδήρου, εκφρασμένη σε εκατοστιαία αναλογία του στοιχείου στο λίπασμα,

x_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2), σε μg/ml,

x_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (σημείο 7.1) σε μg/ml,

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε ml,

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που αντιστοιχεί στην αραίωση που έχει πραγματοποιηθεί στο σημείο 6.2,

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε γραμμάρια.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D:

Αν (α1), (α2), (α3), ., ., (αi) και (α) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3), ., ., (vi) και (100) οι όγκοι, σε ml, των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/\alpha1) \times (v2/\alpha2) \times (v3/\alpha3) \times . \times . \times . \times (vi/\alpha i) \times (100/\alpha)$$

Μέθοδος 9.9

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΜΑΓΓΑΝΙΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΜΕΤΡΙΑ ΑΤΟΜΙΚΗΣ ΑΠΟΡΡΟΦΗΣΕΩΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης του μαγγανίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 από τα λιπάσματα, για τα οποία, όπως προβλέπει το Π.Δ.441/91 πρέπει να δηλώνεται η ολική ή/και η υδατοδιαλυτή περιεκτικότητα σε μαγγάνιο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά το μαγγάνιο με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 6 M

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 4.1.

4.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 0,5 M

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 4.2.

4.3. Διάλυμα άλατος του λανθανίου (10 g La/λίτρο)

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 4.3.

4.4. Πρότυπα διαλύματα μαγγανίου

4.4.1. Αρχικό διάλυμα μαγγανίου (1 000 μg/ml)

Σε ποτήρι ζέσεως των 250 ml, διαλύονται 1 g σκόνης μαγγανίου, ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg, σε 25 ml υδροχλωρικού οξέος 6 M (σημείο 4.1). Το διάλυμα θερμαίνεται σε ηλεκτρική εστία μέχρι να διαλυθεί εντελώς το μαγγάνιο. Όταν κρυώσει μεταφέρεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 1 000 ml με νερό και το σύνολο ομοιογενοποιείται.

4.4.2. Πρότυπο διάλυμα εργασίας (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml αραιώνονται 20 ml του αρχικού διαλύματος (σημείο 4.4.1), με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (σημείο 4.2). Συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τα 200 ml με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (σημείο 4.2) και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 5. Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του μαγγανίου (279,6 nm).

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση του μαγγανίου

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και κατά περίπτωση τη μέθοδο 9.3.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 6.2. Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) διαλύματος άλατος του λανθανίου (4.3).

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Προετοιμασία του τυφλού διαλύματος

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.1. Το τυφλό διάλυμα πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2.

7.2. Παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων αναφοράς

Βλέπε μέθοδο 9.4, σημείο 7.2.

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 5 μg/ml μαγγανίου φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml: 0 -0,5 -1 -2 -3 -4 και 5 ml από το πρότυπο διάλυμα εργασίας (σημείο 4.4.2). Ρυθμίζεται αν χρειαστεί η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι 100 ml με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 M (σημείο 4.2). και το σύνολο ομοιογενοποιείται. Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν αντίστοιχα 0 -0,5 -1 -2 -3 -4 και 5 μg/ml μαγγανίου.

7.3. Μετρήσεις

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.3. Το φασματόμετρο (σημείο 5) ετοιμάζεται για τις μετρήσεις στο μήκος κύματος τωμ 279,6 nm.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Βλέπε μέθοδο 9.4, σημείο 8.

Η εκατοστιαία αναλογία του μαγγανίου (Mn) στο λίπασμα είναι ίση με:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Αν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3:

$$Mn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

όπου:

Mn είναι η ποσότητα του μαγγανίου, εκφρασμένη σε εκατοστιαία αναλογία του στοιχείου στο λίπασμα,

x_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2), σε μg/ml,

x_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (σημείο 7.1), σε μg/ml,

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε ml,

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που αντιστοιχεί στην αραίωση που έχει πραγματοποιηθεί στο σημείο 6.2,

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε γραμμάρια.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D:

αν (α1), (α2), (α3), ., ., (αi) και (α) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3), ., ., (vι) και (100) οι όγκοι, σε ml, των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/\alpha1) \times (v2/\alpha2) \times (v3/\alpha3) \times \times \times \times (vi/\alpha i) \times (100/\alpha)$$

Μέθοδος 9.10

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΜΟΛΥΒΔΑΙΝΙΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΦΩΤΟΜΕΤΡΙΚΟ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟ ΤΟΥ ΣΥΜΠΛΟΚΟΥ ΠΟΥ ΣΧΗΜΑΤΙΖΕΤΑΙ ΜΕ ΘΕΙΟΚΥΑΝΙΚΟ ΑΜΜΩΝΙΟ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης του μολυβδαινίου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 από τα λιπάσματα, για τα οποία, όπως προβλέπει [illegible] πρέπει να δηλώνεται η ολική ή/και η υδατοδιαλυτή περιεκτικότητα σε μολυβδαίνιο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Το μολυβδαίνιο (Mo) σχηματίζει με τα ιόντα SCN^- σε όξινο περιβάλλον το σύμπλοκο $[MoO(SCN)_5]^{-2}$. Το μολυβδαινικό σύμπλοκο εκχυλίζεται με οξικό n-βουτυλεστέρα. Τα παρεμποδίζοντα ιόντα, όπως του σιδήρου, απομακρύνονται στην υδατική στιβάδα. Ο κιτρινοπορτοκαλί χρωματισμός ανιχνεύεται με φασματομετρία μοριακής απορρόφησης στα 470 nm.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα αραιού υδροχλωρικού οξέος (HCl) περίπου 6 M

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 4.1.

4.2. Διάλυμα χαλκού συγκεντρώσεως 70 mg/l σε υδροχλωρικό οξύ 1,5 M

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml, διαλύονται 275 mg θειικού χαλκού ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$), ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg, σε 250 ml υδροχλωρικού οξέος 6 M (σημείο 4.1). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 1 000 ml με νερό και το σύνολο ομοιογενοποιείται.

4.3. Διάλυμα ασκορβικού οξέος συγκεντρώσεως (50 g/l)

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml διαλύονται σε νερό 50 g ασκορβικού οξέος ($C_6H_8O_6$). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 1 000 ml με νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση. Το διάλυμα φυλάσσεται στο ψυγείο.

4.4. Οξικός *n*-βουτυλεστέρας

4.5. Διάλυμα θειοκυανικού αμμωνίου 0,2 M

Σε ογκομετρική φιάλη 1 000 ml, διαλύονται σε νερό 15,224 g NH_4SCN. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 1 000 ml με νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση. Το διάλυμα φυλάσσεται σε σκοτεινόχρωμη φιάλη αντιδραστηρίων.

4.6. Διάλυμα χλωριούχου κασσιτέρου (50 g/l) σε υδροχλωρικό οξύ 2 M

Το διάλυμα πρέπει να είναι απόλυτα διαυγές και να παρασκευάζεται αμέσως πριν από τη χρήση του. *Χρησιμοποιείται χλωριούχος κασσίτερος μεγάλης καθαρότητας, διαφορετικά το διάλυμα δεν είναι διαυγές.*

Για την παρασκευή 100 ml διαλύματος, διαλύονται 5 g χλωριούχου κασσιτέρου ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$) σε 35 ml διαλύματος υδροχλωρικού οξέος 6 M (σημείο 4.1). Προστίθενται 10 ml διαλύματος χαλκού (σημείο 4.2). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι 100 ml με νερό και ομοιογενοποιείται.

4.7. Πρότυπα διαλύματα μολυβδαινίου

4.7.1. Αρχικό διάλυμα μολυβδαινίου (500 μg/ml).

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml, διαλύονται 0,920 g, μολυβδαινικού αμμωνίου [$(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$], ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg, σε υδροχλωρικό οξύ 6 M (σημείο 4.1). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 1 000 ml με το ίδιο διάλυμα και το σύνολο ομοιογενοποιείται.

4.7.2. Ενδιάμεσο πρότυπο διάλυμα μολυβδαινίου (25 μg/ml).

Σε φιάλη αντιδραστηρίων των 500 ml φέρονται 25 ml από το αρχικό διάλυμα (σημείο 4.7.1). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι 500 ml με υδροχλωρικό οξύ 6 M (σημείο 4.1) και το σύνολο ομοιογενοποιείται.

4.7.3. Πρότυπο διάλυμα μολυβδαινίου (2,5 μg/ml).

Σε ογκομετρική φιάλη των 100 ml φέρονται 10 ml από το ενδιάμεσο πρότυπο διάλυμα (σημείο 4.7.2). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με υδροχλωρικό οξύ 6 M (σημείο 4.1) και το σύνολο ομοιογενοποιείται.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

5.1. Φασματόμετρο για την τεχνική της μοριακής απορρόφησης ρυθμισμένο στα 470 nm και εφοδιασμένο με κυψελίδες οπτικής διαδρομής 20 mm.

5.2. Διαχωριστική χοάνη των 200 ή 250 ml.

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση του μολυβδαινίου

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και κατά περίπτωση τη μέθοδο 9.3.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Μία ορισμένη ποσότητα του εκχυλίσματος (σημείο 6.1) αραιώνεται με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 6 M (σημείο 4.1), ώστε να ληφθεί κατάλληλη συγκέντρωση σε μολυβδαίνιο. Έστω D ο συντελεστής αραίωσης.

Από την τελευταία αραίωση λαμβάνεται κατάλληλη ποσότητα (α), ώστε να περιέχει 1 έως 12 μg μολυβδαινίου, και φέρεται στη διαχωριστική χοάνη (σημείο 5.2). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 50 ml με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 6 M (σημείο 4.1).

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Προετοιμασία του τυφλού διαλύματος

Παρασκευάζεται τυφλό διάλυμα με εφαρμογή όλης της διαδικασίας από την εκχύλιση, από την οποία παραλείπεται μόνο το δείγμα ανάλυσης του λιπάσματος.

7.2. Παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων για την καμπύλη αναφοράς

Παρασκευάζεται σειρά 6 τουλάχιστον προτύπων διαλυμάτων αναφοράς με αυξανόμενες συγκεντρώσεις ώστε να αντιστοιχούν στη βέλτιστη περιοχή απόκρισης του οργάνου.

Για το εύρος μαζών 0 και 12,5 μg μολυβδαινίου (Mo), φέρονται σε ισάριθμες διαχωριστικές χοάνες (σημείο 5.2) 0 -1 -2 -3 -4 και 5 ml από το πρότυπο διάλυμα εργασίας (σημείο 4.7.3). Προστίθεται συμπλήρωμα υδροχλωρικού οξέος 6 M (σημείο 4.1) μέχρι τα 50 ml. Οι χοάνες περιέχουν 0 -2,5 -5,0 -7,5 -10 και 12,5 μg μολυβδαινίου αντίστοιχα.

7.3. Ανάπτυξη και διαχωρισμός του συμπλόκου

Σε κάθε διαχωριστική χοάνη (σημεία 6.2, 7.1, και 7.2) προστίθενται διαδοχικά κατά σειρά:

— 10 ml διαλύματος χαλκού (σημείο 4.2)

— 20 ml διαλύματος ασκορβικού οξέος (σημείο 4.3)

Ακολουθεί ομοιογενοποίηση και αναμονή για 2 έως 3 λεπτά. Στη συνέχεια προστίθενται:

— 10 ml οξεικού n-βουτυλεστέρα (σημείο 4.4) με σιφώνιο μεγάλης ακρίβειας

— 20 ml θειοκυανικού διαλύματος (σημείο 4.5)

Το σύνολο ανακινείται 1 λεπτό ώστε να εκχυλιστεί το σύμπλοκο στην οργανική στιβάδα και αφήνεται σε ηρεμία για να σχηματιστούν ευκρινώς οι στιβάδες. Μετά το διαχωρισμό των δύο στιβάδων, παραλαμβάνεται πλήρως η κάτω υδατική στιβάδα και απορρίπτεται. Στη συνέχεια, η οργανική στιβάδα εκπλύνεται με:

— 10 ml διαλύματος χλωριούχου κασσιτέρου (σημείο 4.6).

Το σύνολο ανακινείται 1 λεπτό. Αφήνεται σε ηρεμία για να σχηματιστούν ευκρινώς οι στιβάδες και απομακρύνεται πλήρως η υδατική στιβάδα. Η οργανική στιβάδα συλλέγεται σε δοκιμαστικό σωλήνα, πράγμα που επιτρέπει να συγκεντρωθούν οι σταγόνες νερού, που βρίσκονται σε διασπορά.

7.4. Μετρήσεις

Σε μήκος κύματος 470 nm μετράται έναντι του διαλύματος αναφοράς συγκεντρώσεως 0 μg/ml σε μολυβδαίνιο (σημείο 7.2) και καταγράφεται η απορρόφηση των προτύπων διαλυμάτων αναφοράς που λαμβάνονται στο σημείο 7.3.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Σχεδιάζεται καμπύλη αναφοράς με τετμημένη τις μάζες μολυβδαινίου, σε μg, που περιέχονται στα πρότυπα διαλύματα αναφοράς (σημείο 7.2) και τεταγμένη τις αντίστοιχες τιμές απορρόφησης (σημείο 7.4) που παρέχει το φασματόμετρο.

Με βάση την καμπύλη αυτή προσδιορίζονται η μάζα μολυβδαινίου που περιέχεται στο διάλυμα ανάλυσης (σημείο 6.2) και η μάζα του στο τυφλό διάλυμα (σημείο 7.1). Οι μάζες αυτές σημειώνονται με (X_s) και (X_b) αντίστοιχα.

Η εκατοστιαία αναλογία του μολυβδαινίου (Mo) στο λίπασμα είναι:

$$Mo\ \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times D] \ / \ (M \times 10^4)$$

Αν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3:

$$Mo\ \% = [(x_s - x_b) \times V/a \times 2D] \ / \ (M \times 10^4)$$

όπου

Mo είναι η ποσότητα του μολυβδαινίου, εκφρασμένη σε εκατοστιαία αναλογία του στοιχείου στο λίπασμα,

α είναι ο όγκος της κατάλληλης ποσότητας από την τελευταία αραίωση (σημείο 6.2), σε ml,

x_s είναι η μάζα του μολυβδαινίου στο διάλυμα ανάλυσης (σημείο 6.2), σε μg,

x_b είναι η μάζα μολυβδαινίου σε όγκο τυφλού διαλύματος (σημείο 7.1) ίσο με τον όγκο (α) της κατάλληλης ποσότητας του διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2), σε μg,

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε ml,

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που αντιστοιχεί στην αραίωση που έχει πραγματοποιηθεί στο σημείο 6.2,

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε γραμμάρια.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D:

Αν (α1), (α2) είναι οι διαδοχικές κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2) οι όγκοι των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D = (v1/a1) \times (v2/a2)$$

Μέθοδος 9.11

ΠΟΣΟΤΙΚΗ ΑΝΑΛΥΣΗ ΤΟΥ ΨΕΥΔΑΡΓΥΡΟΥ ΣΤΑ ΕΚΧΥΛΙΣΜΑΤΑ ΛΙΠΑΣΜΑΤΩΝ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΜΕΤΡΙΑ ΑΤΟΜΙΚΗΣ ΑΠΟΡΡΟΦΗΣΗΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ

Στο παρόν έγγραφο περιγράφεται μέθοδος ποσοτικής ανάλυσης του ψευδαργύρου στα εκχυλίσματα λιπασμάτων.

2. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται στα εκχυλίσματα που λαμβάνονται με τις μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 από τα λιπάσματα, για τα οποία, όπως προβλέπει το Π.Δ.441/91 πρέπει να δηλώνεται η ολική ή/και υδατοδιαλυτή περιεκτικότητα σε ψευδάργυρο.

3. ΑΡΧΗ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Μετά από κατάλληλη κατεργασία και αραίωση των εκχυλισμάτων, προσδιορίζεται ποσοτικά ο ψευδάργυρος με φασματομετρία ατομικής απορρόφησης.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 6 Μ

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 4.1.

4.2. Διάλυμα υδροχλωρικού οξέος περίπου 0,5 Μ

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 4.2.

4.3. Διάλυμα άλατος του λανθανίου (10 g La/λίτρο)

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 4.3.

4.4. Πρότυπα διαλύματα ψευδαργύρου

4.4.1. Αρχικό διάλυμα ψευδαργύρου (1 000 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 1 000 ml διαλύονται 1 g σκόνης ή φυλλιδίων ψευδαργύρου, ζυγισμένου με ακρίβεια 0,1 mg, σε 25 ml υδροχλωρικού οξέος 6 Μ (σημείο 4.1). Συμπληρώνεται ο όγκος μέχρι τα 1 000 ml με νερό και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

4.4.2. Πρότυπο διάλυμα εργασίας ψευδαργύρου (100 μg/ml)

Σε ογκομετρική φιάλη των 200 ml αραιώνονται 20 ml αρχικού διαλύματος (σημείο 4.4.1) με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 Μ (σημείο 4.2). Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 200 ml με το διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 Μ (σημείο 4.2) και ακολουθεί ομοιογενοποίηση.

5. ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΑ ΣΚΕΥΗ ΚΑΙ ΟΡΓΑΝΑ

Φασματόμετρο ατομικής απορρόφησης: Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 5. Το όργανο πρέπει να είναι εφοδιασμένο με πηγή εκπομπής των χαρακτηριστικών φασματικών γραμμών του ψευδαργύρου (213,8 nm) καθώς και με διάταξη για διόρθωση του θορύβου υποστρώματος της φλόγας.

6. ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ ΤΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

6.1. Διαλυτοποίηση του ψευδαργύρου

Βλέπε μεθόδους 9.1 ή/και 9.2 και κατά περίπτωση τη μέθοδο 9.3.

6.2. Παρασκευή του διαλύματος ανάλυσης

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 6.2. Το διάλυμα ανάλυσης πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) από ένα διάλυμα άλατος του λανθανίου.

7. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

7.1. Προετοιμασία του τυφλού διαλύματος

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.1. Το τυφλό διάλυμα πρέπει να περιέχει 10 % (v/v) από ένα διάλυμα του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2.

7.2. Παρασκευή των προτύπων διαλυμάτων αναφοράς

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.2.

Για βέλτιστο εύρος συγκεντρώσεων για την ποσοτική ανάλυση από 0 έως 5 μg/ml ψευδαργύρου φέρονται σε ογκομετρικές φιάλες των 100 ml: 0 -0,5 -1 -2.-3.-4 και 5 ml από το πρότυπο διάλυμα εργασίας (σημείο 4.4.2). Ρυθμίζεται αν χρειαστεί η συγκέντρωση των διαλυμάτων σε υδροχλωρικό οξύ, ώστε να είναι όσο το δυνατόν πλησιέστερη προς την αντίστοιχη συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης. Προστίθενται σε κάθε φιάλη 10 ml του διαλύματος άλατος του λανθανίου που έχει χρησιμοποιηθεί στο σημείο 6.2. Ο όγκος συμπληρώνεται μέχρι τα 100 ml με διάλυμα υδροχλωρικού οξέος 0,5 Μ (σημείο 4.2) και το σύνολο ομοιογενοποιείται.

Τα εν λόγω διαλύματα περιέχουν αντίστοιχα 0 -0,5 -1 -2 -3 -4 και 5 μg/ml ψευδαργύρου.

7.3. Μετρήσεις

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 7.3. Το φασματόμετρο (σημείο 5) ετοιμάζεται γαι τις μετρήσεις στο μήκος κύματος των 213,8 nm.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Βλέπε μέθοδο 9.4 σημείο 8.

Η εκατοστιαία αναλογία του ψευδαργύρου (Zn) στο λίπασμα είναι ίση με:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times D] / (M \times 10^4)$$

Αν έχει χρησιμοποιηθεί η μέθοδος 9.3:

$$Zn\ \% = [(x_s - x_b) \times V \times 2D] / (M \times 10^4)$$

όπου

Z_n είναι η ποσότητα του ψευδαργύρου, εκφρασμένη σε εκατοστιαία αναλογία,

x_s είναι η συγκέντρωση του διαλύματος ανάλυσης (σημείο 6.2), σε μg/ml,

x_b είναι η συγκέντρωση του τυφλού διαλύματος (σημείο 7.1), σε μg/ml,

V είναι ο όγκος του εκχυλίσματος που έχει ληφθεί σύμφωνα με τη μέθοδο 9.1 ή 9.2, σε ml,

D είναι ο συντελεστής της αραίωσης που αντιστοιχεί στην αραίωση που έχει πραγματοποιηθεί στο σημείο 6.2,

M είναι η μάζα του δείγματος ανάλυσης που λαμβάνεται σύμφωνα με τις μεθόδους 9.1 ή 9.2, σε γραμμάρια.

Υπολογισμός του συντελεστή αραίωσης D:

Αν (α1), (α2), (α3), ., ., (αi) και (α) είναι οι κατάλληλες ποσότητες και (v1), (v2), (v3), ., ., (vi) και (100) οι όγκοι, σε ml, των αντίστοιχων αραιώσεών τους, ο συντελεστής αραίωσης D είναι ίσος με:

$$D\ \% = [(v1/\alpha1) \times (v2/\alpha2) \times (v3/\alpha3) \times \times \times \times (vi/\alpha i) \times (100/\alpha)$$»

Ο Πρόεδρος
Γ. ΠΑΡΙΣΑΚΗΣ

Η Γραμματέας
ΕΛ. ΠΑΛΛΑΡΗ

Τα Μέλη

Ε. Χατζηδάκη, Ι. Δαρατσιανός, Ν. Γκέλλης,

Χ. Χαμαλίδης, Χρ. Τσεκούρας

II. Η ισχύς της παρούσας αρχίζει από την 1η Ιανουαρίου 1994.

Η απόφαση αυτή να δημοσιευθεί στην Εφημερίδα της Κυβερνήσεως.

Αθήνα, 17 Ιανουαρίου 1994

ΟΙ ΥΠΟΥΡΓΟΙ

ΕΘΝΙΚΗΣ ΟΙΚΟΝΟΜΙΑΣ
ΓΕΩΡΓ. ΓΕΝΝΗΜΑΤΑΣ

ΥΦΥΠ. ΟΙΚΟΝΟΜΙΚΩΝ
ΑΛ. ΠΑΠΑΔΟΠΟΥΛΟΣ

ΥΦΥΠΟΥΡΓΟΣ ΓΕΩΡΓΙΑΣ
ΦΛ. ΚΩΝΣΤΑΝΤΙΝΟΥ

ΕΘΝΙΚΟ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟ

Εκδίδει την ΕΦΗΜΕΡΙΔΑ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ από το 1833

Διεύθυνση : Καποδιστρίου 34
Ταχ. Κώδικας : 104 32
TELEX : 22.3211 YPET GR
FAX : 5234312

Οι υπηρεσίες του **ΕΘΝΙΚΟΥ ΤΥΠΟΓΡΑΦΕΙΟΥ** λειτουργούν καθημερινά από **8.00'** έως **13.00'**

ΧΡΗΣΙΜΕΣ ΠΛΗΡΟΦΟΡΙΕΣ

* Πώληση ΦΕΚ όλων των Τευχών Σολωμού 51 τηλ.: 52.39.762
* ΒΙΒΛΙΟΘΗΚΗ: Σολωμού 51 τηλ.: 52.48.188
* Για φωτοαντίγραφα παλαιών τευχών στην οδό Σολωμού 51 τηλ.: 52 48 141
* Τμήμα πληροφόρησης: Για τα δημοσιεύματα των ΦΕΚ Σολωμού 51 τηλ. 52.25.713 – 52.49.547

* Οδηγίες για δημοσιεύματα Ανωνύμων Εταιρειών και ΕΠΕ τηλ.: 52.48.785
  Πληροφορίες για δημοσιεύματα Ανωνύμων Εταιρειών και ΕΠΕ τηλ.: 52.25.761

* Αποστολή ΦΕΚ στην επαρχία με καταβολή της αξίας του δια μέσου Δημοσίου Ταμείου Για πληροφορίες: τηλ.: 52.48.320

Τιμές κατά τεύχος της ΕΦΗΜΕΡΙΔΑΣ ΤΗΣ ΚΥΒΕΡΝΗΣΕΩΣ:

Κάθε τεύχος μέχρι 8 σελίδες δρχ. 100. Από 9 σελίδες μέχρι 16 δρχ. 150, από 17 έως 24 δρχ. 200

Από 25 σελίδες και πάνω η τιμή πώλησης κάθε φύλλου (8σέλιδου ή μέρους αυτού) αυξάνεται κατά 50 δρχ.

Μπορείτε να γίνετε συνδρομητής για όποιο τεύχος θέλετε. Θα σας αποστέλλεται με το Ταχυδρομείο.

ΕΤΗΣΙΕΣ ΣΥΝΔΡΟΜΕΣ

Κωδικός αριθ. κατάθεσης στο Δημόσιο Ταμείο 2531			Κωδικός αριθ. κατάθεσης στο Δημόσιο Ταμείο 3512	
Η ετήσια συνδρομή είναι:			Ποσοστό 5% υπέρ του Ταμείου Αλληλοβοηθείας του Προσωπικού (ΤΑΠΕΤ)	
α) Για το Τεύχος Α'	Δρχ.	15.000	Δρχ.	750
β) » » » Β'	»	30.000	»	1.500
γ) » » » Γ'	»	10.000	»	500
δ) » » » Δ'	»	30.000	»	1.500
ε) » » » Αναπτυξιακών Πράξεων	»	20.000	»	1.000
στ) » » » Ν.Π.Δ.Δ.	»	10.000	»	500
ζ) » » » ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ	»	5.000	»	250
η) » » » Δελτ. Εμπ.& Βιομ. Ιδ.	»	10.000	»	500
θ) » » » Αν. Ειδικού Δικαστηρίου	»	3.000	»	150
ι) » » » Α.Ε. & Ε.Π.Ε.	»	200.000	»	10.000
ια) Για όλα τα Τεύχη εκτός ΤΑΕ-ΕΠΕ	»	100.000	»	5.000

Πληροφορίες: τηλ. 52.48.320